

【発行国】

日本国特許庁（ J P ）

【公報種別】 (19)日本国特許庁（ J P ）

(12) 公 開 特 許 公 報 （ A ）

(11)特許出願公開番号

特開平9－208440

(43)公開日 平成 9 年(1997) 8 月12日

公開特許公報（ A ）

(51)Int.Cl. ⁶		識別記号	庁内整理番号	F I		技術表示箇所
A 6 1 K	7/48	5 0 1	9282－4B	A 6 1 K	7/48	5 0 1 H
A 2 3 B	4/06			A 2 3 B	4/06	
	7/04				7/04	
A 6 1 K	7/00			A 6 1 K	7/00	T
B 0 1 J	13/04			B 0 1 J	13/02	A
特開平9－208440				審査請求 未請求 請求項の数9 O L （全 4 頁）		

(21)出願番号 特願平8－13138		(71)出願人 000002060 信越化学工業株式会社 東京都千代田区大手町二丁目6番1号
【公開日】 (22)出願日 平成8年(1996) 1 月29日		(72)発明者 福井 育生 新潟県中頸城郡頸城村大字西福島28番地の 1 信越化学工業株式会社合成技術研究所 内
平成9年（1997）8月12日		(72)発明者 早川 和久 新潟県中頸城郡頸城村大字西福島28番地の 1 信越化学工業株式会社合成技術研究所 内
【発明の名称】		(72)発明者 田中 真人 新潟県新潟市五十嵐中島2－22－2
水系液のカプセルおよびその製造方法		(74)代理人 弁理士 小宮 良雄

(54)【発明の名称】 水系液のカプセルおよびその製造方法
【国際特許分類第6版】

(57)【要約】

【課題】 内部に含まれる液体が流出しにくく、保冷

A61K 7/48箱内で生鮮食品と密着しやすい保冷剤であり、しかも保
湿剤として化粧品に多量に添加できる水系液のカプセル

A23B 4/06およびその製造方法を提供する。

【解決手段】 攪拌されている40℃以上のタンニン酸
7/04水溶液に、熱ゲル化性のアルキルセルロース水溶液、ヒ
ドロキシアルキルセルロース水溶液、ヒドロキシアルキ

A61K 7/00レアルキルセルロース水溶液より選ばれる少なくとも1
種を滴下する。アルキルセルロース、ヒドロキシアルキ

B01J 13/04レセルロース、ヒドロキシアルキルセルロース
の少なくとも1種とタンニン酸とのコンプレックスが被
【F I】 膜となり、被膜が水系液を包含している水系液のカプセルを得る。

A61K 7/48

A23B 4/06 501 H

7/04 9282-4B

A61K 7/00 T

B01J 13/02 A

【特許請求の範囲】

【請求項1】 熱ゲル化性のアルキルセルロース、ヒドロキシアルキルセルロース、ヒドロキシアルキルアルキルセルロースより選ばれる少なくとも1種とタンニン酸とのコンプレックスが被膜として形成されており、該被膜が水系液を包含していることを特徴とする水系液のカプセル。

【請求項2】 前記アルキルセルロースがメチルセルロースであることを特徴とする請求項1に記載の水系液のカプセル。

【請求項3】 前記ヒドロキシアルキルアルキルセルロースがヒドロキシプロピルメチルセルロース、ヒドロキシエチルメチルセルロースおよびヒドロキシエチルエチルセルロースから選ばれる少なくとも1種類であることを特徴とする請求項1に記載の水系液のカプセル。

【請求項4】 前記ヒドロキシアルキルセルロースがヒドロキシエチルセルロースおよび／またはヒドロキシプロピルセルロースであることを特徴とする請求項1に記載の水系液のカプセル。

【請求項5】 前記被膜の表面にポリマー被膜が形成されていることを特徴とする請求項1に記載の水系液のカプセル。

【請求項6】 前記ポリマーがポリスチレン、ポリメチルメタクリレート、ポリ2-ヒドロキシエチルメタクリレートから選ばれる少なくとも1種であることを特徴とする請求項5に記載の水系液のカプセル。

【請求項7】 攪拌されている40℃以上のタンニン酸水溶液に、熱ゲル化性のアルキルセルロース水溶液、ヒドロキシアルキルセルロース水溶液、ヒドロキシアルキルアルキルセルロース水溶液より選ばれる少なくとも1種を滴下し、アルキルセルロース、ヒドロキシアルキルセルロース、ヒドロキシアルキルアルキルセルロースより選ばれる少なくとも1種とタンニン酸とのコンプレックス被膜を形成して該被膜で水系液を包含させることを特徴とする水系液のカプセルの製造方法。

【請求項8】 熱ゲル化性のアルキルセルロース、ヒドロキシアルキルセルロース、ヒドロキシアルキルアルキルセルロースより選ばれる少なくとも1種とタンニン酸とのコンプレックスが被膜として形成され、該被膜が水系液を包含している水系液のカプセルを、モノマーが含まれている液に入れ、該モノマーを重合して該被膜の表面にポリマー被膜を形成することを特徴とする水系液のカプセルの製造方法。

【請求項9】 前記モノマーがスチレン、メチルメタクリレート、2-ヒドロキシエチルメタクリレートから選ばれる少なくとも1種であることを特徴とする請求項8に記載の水系液のカプセルの製造方法。

【発明の詳細な説明】**【0001】**

【産業上の利用分野】化粧品、保湿剤、生鮮食品等の保

冷剤として利用される水系液のカプセルおよびその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】化粧品の保湿剤として、ヒアルロン酸が最も広く利用されている。しかし、ヒアルロン酸は高価であるため、化粧品に多く添加することができない。

【0003】生鮮食品の保冷剤としては、粘性のある水溶液をポリエチレン等の水不溶性のプラスチック製袋に入れ、冷蔵庫で凍結させたものを利用している。凍結した保冷剤は、形状が固定されて保冷箱内の生鮮食品等と密着しにくくなるので容積占有率が高いものになる。また、プラスチック製袋が破損し、内部の水溶液が流出することもある。

【0004】密着性および流出性を改良するため、袋内の溶液について検討がなされている。特開平6-17037号公報には、100 μ m以下のコロイダルシリカを10～40重量%含む水溶性セルロースエーテルを保冷液とする保冷剤が記載されている。セルロースエーテルは粘性が高いため、袋が破損しても外部に多量に流出しない。この保冷剤は5℃前後での変形性が優れているので、保冷箱内の食品等と密着しやすいものである。しかし、袋が破損した場合には、少量ではあるが保冷液が流出することがあり、凍結温度以下になると、保冷剤は形状変形性を失い、生鮮食品との密着性が低下する。

【0005】化粧品に保湿剤として多く添加することができ、さらに保冷箱内の生鮮食品と密着しやすく、内包している液体を流出させない保冷剤として、カプセル状の被膜が水を包含している水系液のカプセルがある。しかし、水系液のカプセルやその製法についての詳細な報告は、これまでほとんどなされていない。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明は前記の課題を解決するためなされたもので、内部に含まれる液体が流出しにくく、保冷箱内で生鮮食品と密着しやすい保冷剤であり、しかも保湿剤として化粧品に多量に添加できる水系液のカプセルおよびその製造方法を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】前記の目的を達成するためになされた本発明の水系液のカプセルは、熱ゲル化性のアルキルセルロース、ヒドロキシアルキルセルロース、ヒドロキシアルキルアルキルセルロースより選ばれる少なくとも1種とタンニン酸とのコンプレックスが被膜として形成されており、被膜が水系液を包含しているものである。

【0008】アルキルセルロースはメチルセルロースが好ましい。ヒドロキシアルキルセルロースはヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロースが好ましい。ヒドロキシアルキルアルキルセルロースにはヒドロキシプロピルメチルセルロース、ヒドロキシエチル

メチルセルロース、ヒドロキシエチルエチルセルロースが挙げられる。これらはいずれも40℃以上の中水中でゲル化する性質を有するものが使用される。単独で使用しても、混合して使用しても良い。

【0009】40℃以上の中水中でゲル化するには、メチルセルロースにおいてはメトキシ置換度(DS)が1.0~2.0、ヒドロキシアシルセルロースにおいてヒドロキシアシルモル置換度(MS)が2.5以上必要である。

【0010】ヒドロキシアシルアルキルセルロースがヒドロキシアシルメチルセルロースの場合には、メトキシ置換度(DS)は1.0~2.5、ヒドロキシアシルモル置換度(MS)は0.25~2.5が好ましい。ヒドロキシアシルエチルセルロースの場合には、エトキシ置換度(DS)は0.2~0.8、ヒドロキシアシルモル置換度(MS)は1.0~2.8が好ましい。

【0011】水系液は、純水の他、香料、薬剤、不凍剤等が水に含まれている液である。

【0012】水系液のカプセルは、攪拌されている40℃以上のタンニン酸水溶液に、熱ゲル化性のアルキルセルロース水溶液、ヒドロキシアシルセルロース水溶液、ヒドロキシアシルアルキルセルロース水溶液の少なくとも1種を滴下し、アルキルセルロース、ヒドロキシアシルセルロース、ヒドロキシアシルアルキルセルロースの少なくとも1種とタンニン酸とのコンプレックス被膜を形成して被膜で水系液を包含させることによって製造される。

【0013】アルキルセルロース水溶液等がタンニン酸水溶液に滴化されて、アルキルセルロース等がタンニン酸と接触してゲル化する。ゲル化物の表面に被膜が形成され、被膜が水を包含する水系液のカプセルが得られる。タンニン酸水溶液の濃度は0.5重量%以上が好ましい。0.5重量%未満の場合には、ゲル化物の表面上に被膜が形成されない。

【0014】この水系液のカプセルを冷水中に投入しても、カプセル表面の被膜は溶解しない。水系液のカプセルはカプセル状を保持しており、内容物は液化されている。

【0015】カプセル形成において、タンニン酸水溶液の攪拌速度や攪拌方法を変えることによって、所望の粒径の水系液のカプセルを得ることができる。100μm程度であれば通常の攪拌機によってもよいし、1μm程度の細かいもの場合には、ホモミキサー等を使用するのが好ましい。

【0016】本発明の水系液のカプセルは、熱ゲル化性のアルキルセルロース、ヒドロキシアシルセルロース、ヒドロキシアシルアルキルセルロースより選ばれる少なくとも1種とタンニン酸とのコンプレックス被膜が水系液を包含しており、この被膜の表面にポリマー被

膜が形成されているものが好ましい。ポリマー被膜により水系液のカプセルの強度は高められる。

【0017】ポリマーは単独重合体でも共重合体でも良いが、具体的にはポリスチレン、ポリメチルメタクリレート、ポリ2-ヒドロキシエチルメタクリレートが挙げられる。

【0018】この水系液のカプセルの製造方法は、熱ゲル化性のアルキルセルロース、ヒドロキシアシルセルロース、ヒドロキシアシルアルキルセルロースより選ばれる少なくとも1種とタンニン酸とのコンプレックスが被膜として形成されており、被膜が水系液を包含している水系液のカプセルを、モノマーが含まれている液に入れ、モノマーを重合して被膜の表面にポリマー被膜を形成するものである。

【0019】具体的な製造方法は、以下のとおりである。タンニン酸とアルキルセルロース等とのコンプレックスを被膜とする水系液のカプセルを汫過により補集してから水洗する。水洗後、水系液のカプセルを水中に分散し、攪拌しながら重合開始剤を加える。次いで、モノマーを滴下して攪拌し、常温~80℃でモノマーを数時間重合させて、コンプレックス被膜の表面にポリマー被膜を形成する。所定時間の重合が終了した後、カプセル分散液を汫過し、カプセルを水洗して、機械的強度の高い水系液のカプセルを得る。

【0020】重合開始剤は、水系の懸濁重合、乳化重合で使用できるものである。例えばペルオキシ二硫酸カリウム、4,4'-アゾビス-シアノヴァリエリックアシッド、2,2'-アゾビスイソブチルアミディン塩が挙げられる。

【0021】ポリマー被膜を形成するためのモノマーは水系の懸濁重合、乳化重合で重合され、短時間で比較的強靱なポリマー被膜を形成するビニル系モノマーが好ましい。具体的にはスチレン、メチルメタクリレート、2-ヒドロキシエチルメタクリレートが挙げられる。

【0022】

【発明の効果】本発明の水系液のカプセルは、安価な保湿剤あるいは可搬性に優れる蓄熱材や保冷剤となる。水系液のカプセルを適用できる化粧品の範囲が広がり、微粒子状の水系液のカプセルが添加されたクリーム、ファンデーション等は延展性、触感が向上する。

【0023】この水系液のカプセルは保冷剤として、生鮮食品が入った保冷容器内に密に充填することができる。保冷容器内が低温に保たれるので、生鮮食品等は鮮度を保つことができる。水系液のカプセルの被膜は強度的に安定なので、被膜内の水系液が外部に流出することはない。このため保冷容器内は、常に衛生的である。

【0024】さらに本発明の製法によると、上記の優れた性能を持った水系液のカプセルを再現性よく、容易に製造することができる。

【0025】

【実施例】以下、本発明の実施例を詳細に説明する。

【0026】実施例1

20℃での粘度が412cpsであるメチルセルロース（信越化学工業株式会社製：SM-400）の2重量%水溶液、タンニン酸の5重量%水溶液600ccを調製した。タンニン酸水溶液を内径90mmのフラスコに入れて80℃で加熱し、翼長55mmのタービン羽根6枚によって回転数600rpmで撹拌した。メチルセルロース水溶液50gを滴下し、10分間撹拌を続けた。撹拌終了後、メチルセルロースとタンニン酸とのコンプレックスが被膜として形成されており、被膜内に水を内包している水系液のカプセルが得られた。この水系液のカプセルの平均粒径は80μmであった。

【0027】実施例2

実施例1で得られた水系液のカプセルを水600ccが入ったフラスコに戻し、翼長55mmのタービン羽根6枚によって、回転数200rpmで撹拌した。開始剤としてペルオキシ二硫酸カリウム0.5gを加えて20分間撹拌した後、メチルメタクリレート50gを30分間で滴下した。滴下開始と同時にフラスコ内の内容物の温度を70℃に加熱し、滴下開始から6時間重合を行った。重合終了後、逕過によって水系液のカプセルを補集

し、メタノール、水の順で水洗し、放置してカプセルの表面を乾燥した。

【0028】この水系液のカプセルの平均粒径は84μmであった。カプセルを切断し、粘性流体が封じ込められていたことを確認した。切断されたカプセルを電子顕微鏡で観察すると、5μmのポリメチルメタクリレート被膜が形成されていることが確認された。

【0029】実施例3

タンニン酸の5重量%水溶液の代わりにタンニン酸の1重量%水溶液を使用し、タービン羽根ではなくTKホモミキサー（特殊機化工業株式会社製）によって回転数を10000rpmとし、その他の条件を実施例1と同一にして水系液のカプセルを製造した。得られた水系液のカプセルの平均粒径は1.8μmであった。

【0030】実施例4

実施例3で得られた水系液のカプセルを用い、その他の条件を実施例2と同一にしてメチルメタクリレートの重合を行った。得られたカプセルの平均粒径は2μmであった。カプセルを切断し、粘性流体が封じ込められていたことを確認した。切断されたカプセルを電子顕微鏡で観察すると、0.8μmのポリメチルメタクリレート被膜が形成されていることが確認された。